

2000-246301

(54) [Title of the Invention]

**METHOD FOR MANUFACTURING P-ADDED HIGH-STRENGTH  
HIGH-TOUGHNESS LOW-CARBON STEEL**

(57) [Abstract]

[Object] To provide a P-added high-strength high-toughness low-carbon steel.

[Means for Resolution] To provide a method for manufacturing P-added high-strength high-toughness low-carbon steel, the method comprising a step of rolling a steel material containing from 0.04 to 0.2 mass % with caliber rolls in a temperature range from 400 °C or more to Ac3 or less.

[Claims]

[Claim 1] A method for manufacturing P-added high-strength high-toughness low-carbon steel, the method comprising a step of rolling a steel material containing from 0.04 to 0.2 mass % P with caliber rolls in a temperature range from 400 °C or more to Ac3 or less.

[Claim 2] The method as claimed in claim 1, wherein the steel material is rolled with grooved rolls by many passes.

[Claim 3] The method as claimed in claim 1 or claim 2 for manufacturing a bar material, wherein an entire C section has a structure including ferrite grains of 2 μm or less or these ferrite grains and carbide.

[Claim 4] The method as claimed in any one of claims 1 to 3, wherein the steel contains C (carbon) of carbide including cementite as a chemical component and having a volume ratio of 20 or less %.

[Claim 5] The method as claimed in any one of claims 1 to 4, wherein the steel contains Fe as a main chemical component, unavoidable impurities,

0.80 or less mass % Si;

**0.05 to 3.0 mass % Mn; and**

**0.10 or less mass % Al.**

**[Claim 6] A P-added high-strength high-toughness low-carbon steel, wherein the steel is a low-carbon steel containing 0.04 to 0.2 mass % P and having a yield point of 500 MPa or more and a strength of 550 MPa or more in a tension test conducted on a circular bar having a diameter of 3.5 mm and a gage length of 25 mm at a strain rate of 0.5 mm/min at room temperature.**

**[Claim 7] A P-added high-strength high-toughness low-carbon steel, wherein the steel is a low-carbon steel containing 0.04 to 0.2 mass % P and having upper-shelf energy of 250 J or more in a Charpy impact test conducted on a JIS No. 4 V-notch test piece in a temperature range from room temperature to 78 K.**

**[Claim 8] A carbon steel as claimed in claim 6 or claim 7 of a bar material, wherein an entire C section has a structure including ferrite grains of 2  $\mu$ m or less or these ferrite grains and carbide.**

**[Claim 9] The carbon steel as claimed in any one of claims 6 to 8, wherein the steel contains C (carbon) of carbide including cementite as a chemical component and having a volume ratio of 20 or less %.**

**[Claim 10] The carbon steel as claimed in any one of claims 6 to 9, wherein the steel contains Fe as a main chemical component, unavoidable impurities,**

**0.80 or less mass % Si;**

**0.05 to 3.0 mass % Mn; and**

**0.10 or less mass % Al.**

**[Detail Description of the Invention]**

**[0001]**

**[Technical Field to which the Invention Belongs]**

**The invention of this application relates to a method for manufacturing P-added high-strength high-toughness low-carbon steel. To be more specific, the invention of this application relates to a P (phosphorus)- added low-carbon steel and a new carbon steel also having high strength and high toughness and a method for manufacturing the same.**

**[0002]**

**[Prior Art and its Problems]**

**In a low-carbon steel, much effort has been expended on removing P (phosphorus) in a refining process because P has a detrimental effect on toughness at low temperatures. The non-permission of presence of P makes it difficult to simplify a conventional refining process and has become an obstacle to the reuse of steel.**

**[0003] In practice, for example, in a case where 0.1 mass % P is contained, an increase in ductility/brittleness transition temperature becomes as large as 40 K. In this manner, in a carbon steel, P presents a problem of brittleness and hence much effort has been conventionally expended in the refining process to remove P. On the other hand, the inventors of this application have studied the refining of ferrite grains in an attempt to develop high-strength steel. In the course of this study, the inventors thought that the problem of brittleness caused by the presence of P could be overcome by the refinement of grains because the transition temperature is decreased to a large extent when the ferrite grains are refined. Further, if the amount of P in steel can be allowed to increase, a refining process for coping with the inclusion of P can be simplified, which might lead to an eco-material development utilizing the solid-solution strengthening ability of P. Still further, it is expected that P reduces a grain growth rate by a drag effect and is effective in the refinement of ferrite grains by phase transformation from  $\gamma$  due to work hardening.**

**From the above point of view, it is thought that the addition of P to a refined ferrite grain structure could relax structure growing process conditions and increase strength in transformation structure.**

**[0004] However, how to control the refinement of ferrite grains and the presence of P is a technically unexplored problem.**

**[0005]**

**[Means for solving the Problems] Therefore, the invention of this application is to provide, first, such a method for manufacturing P-added high-strength high-toughness low-carbon steel that includes a step of rolling a steel material containing from 0.04 to 0.2 mass % with caliber rolls in a temperature range from 400 °C or more to Ac3 or less, as a method for solving the above problem. Further, the invention of this application is to provide: secondly, the method as described above, wherein the steel material is rolled with grooved rolls by many passes; thirdly, the method as described above, wherein an entire C section has a structure including ferrite grains of 2  $\mu\text{m}$  or less or these ferrite grains and carbide; fourthly, the method as described above, wherein the steel contains C (carbon) of carbide including cementite as a chemical component and having a volume ratio of 20 or less %; and fifthly, the method as described above in any one of the methods, wherein the steel contains Fe as a main chemical component, unavoidable impurities,**

**0.80 or less mass % Si;**

**0.05 to 3.0 mass % Mn; and**

**0.10 or less mass % Al.**

**Still further, the invention of this application is to provide: sixthly, a P-added high-strength high-toughness low-carbon steel, wherein the steel is a low-carbon steel containing 0.04 to 0.2 mass % P and having a yield point of 500 MPa or more and a strength of 550 MPa or more in a tension test**

conducted on a circular bar having a diameter of 3.5 mm and a gage length of 25 mm at a strain rate of 0.5 mm/min at room temperature; seventhly, a P-added high-strength high-toughness low-carbon steel, wherein the steel is a low-carbon steel containing 0.04 to 0.2 mass % P and having upper-shelf energy of 250 J or more in a Charpy impact test conducted on a JIS No. 4 V-notch test piece in a temperature range from room temperature to 78 K; eighthly, a carbon steel, as described above, of a bar material, wherein an entire C section has a structure including ferrite grains of 2  $\mu\text{m}$  or less or these ferrite grains and carbide; ninthly, the carbon steel as described above, wherein the steel contains C (carbon) of carbide including cementite as a chemical component and having a volume ratio of 20 or less %; and tenthly, the carbon steel as described above in any one of the carbon steels, wherein the steel contains Fe as a main chemical component, unavoidable impurities,

0.80 or less mass % Si;

0.05 to 3.0 mass % Mn; and

0.10 or less mass % Al.

[0006]

[Mode for Carrying Out the Invention]

The invention of this application has the above-described features. The inventors found that the refinement of grains of low-carbon steel was achieved by the addition of P and warm working by caliber rolling, in particular, rolling with grooved rolls to thereby increase strength and toughness and have completed the invention on the basis of these findings.

[0007] For example, to be specific, in the invention of this application, as the synergetic effect of the addition of P and the ultra-refinement, brittleness caused by the addition of P is substantially overcome and a solid solution strengthening ability is effectively achieved (for example, yield point increases

by 510 MPa and strength increases by 310 MPa).

[0008] In the manufacturing of P-added high-strength high-toughness low-carbon steel in accordance with the invention, a steel material containing from 0.04 to 0.2 mass % P is a subject. Here, the amount of P is stipulated by the following reason. Usually, ductility/brittleness transition temperature is increased by 40 K by the addition of 0.1 mass % P. However, when the ferrite grains are refined by the invention, the transition temperature is substantially lowered, so that the problem of brittleness caused by the addition of P can be overcome by the refinement of grains. However, in the case of considering a requirement of ( $vTrs < -20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) of general structural materials, it is appropriate to limit the larger amount of P to 0.2 mass %. Further, since strength increases as the amount of P increases, it is appropriate to limit the smaller amount of P to 0.04 mass % in consideration of the effect of increasing effective strength.

[0009] In the method of this invention, by caliber rolling, in particular, by multi-pass rolling with grooved rolls as the caliber rolling, a high-strength high-toughness low-carbon steel is achieved. Fig. 1 schematically illustrates a case where rolling with grooved rolls as caliber rolling is performed by many passes. A steel material is sequentially inserted between rolls each having a smaller diameter to reduce its cross-sectional area. The caliber rolling in this case is greatly characterized in that pressure is applied to the steel material from many directions.

[0010] By warm-rolling the steel material with grooved rolls in a ferrite temperature range from 400 °C to Ac3 point, for example, there is provided a steel material having a fine equiaxed ferrite structure having a grain size of 2  $\mu\text{m}$  or less in a C cross section. For example, in order to acquire ferrite grains of 2  $\mu\text{m}$  or less by warm rolling, crystal lattices are locally rotated at intervals

of 2  $\mu\text{m}$  or less to make the respective regions ferrite grains having different crystal orientations.

[0011] An advantage of manufacturing a bar material by the rolling with grooved rolls is as follows: since the grooved roll is constructed of a multi-step valley-shaped roll having different diameters (for example, face angle of 90 degrees), multi-axial working can be applied to the bar material in one pass and the effect of multi-axial working can be further increased, for example, by turning the bar material 90 degrees and inserting the bar material between the grooved rolls in the successive passes to easily cause local lattice rotation, thereby facilitating and simplifying a process for refining a structure.

[0012] The reduction of area per one pass in the multi-pass working is appropriately from 5 % to 15 %. This is because a heavy reduction larger than this value increases the generation of heat and because a light reduction smaller than this value allows introduced dislocation to recover, which makes it impossible to refine the structure by recrystallization. The reason why the temperature of rolling with grooved rolls is set from 400 °C to  $A_{c3}$  is as follows: if the temperature is lower than 400 °C, it is difficult for dislocation rearrangement to occur during working or between passes and hence the structure simply becomes a ferrite structure and does not become equiaxed, whereas if the temperature is more than  $A_{c3}$ , the growth rate of the crystal grain is large and hence grain coarsening develops.

[0013] In this regard, a cooling method after working and heat treatment is not limited. Needless to say, in the caliber rolling of this invention, an upper roll and a lower roll as shown in Fig. 1 do not always form a square groove opening. The upper roll and the lower roll may form a curved groove opening such as a circle or an ellipse. Alternatively, the lower roll may be flat and the lower roll and the upper roll may form a triangular groove opening.

**[0014] The chemical composition of P-added low-carbon steel in accordance with this invention may contain Fe (iron) as a main component and unavoidable impurities and further stipulates a volume ratio of carbide including cementite for the amount of carbon. A range from 0 vol % to 20 vol % of carbide is appropriate. This is because if the amount of carbide is larger than 20 vol %, toughness remarkably deteriorates.**

**[0015] In this regard, it is taken into account that there is generally a relationship of  $C = 0.07 V$  between the amount of C (carbon) and volume % carbide (where C is weight % of carbon and V is volume % of carbide). As for the other components, preferably, Si is 0.80 or less mass %; Mn is from 0.05 to 3.0 mass %; and Al is 0.10 or less mass %.**

**[0016] Although Si and Mn are preferable elements in the viewpoint of strength, they increase  $C_{eq}$  and hence, preferably, Si is 0.8 or less mass % and Mn is from 0.05 to 3.0 mass %. Al may be added as a deoxidizer. However, when the amount of Al is large, Al increases the volume of alumina as nonmetallic inclusion, which causes brittleness. Hence, preferably, Al is 0.10 or less mass %.**

**[0017] Usually, ductility/brittleness transition temperature is increased by 40 K by the addition of 0.1 mass % P. However, in the invention of this application, when the ferrite grains are refined by the above-described method, the transition temperature is substantially lowered, so that the problem of brittleness caused by the addition of P can be overcome by the refinement of grains. Further, P is inexpensive and is excellent in solid solution strengthening ability and does not increase  $C_{eq}$ . In addition, if the steel material is allowed to contain P, a refining process can be simplified, which leads to the development of an eco-material. Moreover, P reduces stacking fault energy and increases an annealing twin crystal density and segregates at a**



phase interface to decrease a growth rate by a drag effect, thereby becoming effective in the refinement of ferrite grains by phase transformation from  $\gamma$  due to work hardening.

**[0018]** In the invention of this application, low-carbon steel having the following remarkable characteristics is provided as P-added high-strength and high-toughness low-carbon steel.

**(I)** A P-added high-strength high-toughness low-carbon steel, wherein the steel is a low-carbon steel containing 0.04 to 0.2 mass % P and having a yield point of 500 MPa or more and a strength of 550 MPa or more in a tension test conducted on a circular bar having a diameter of 3.5 mm and a gage length of 25 mm at a strain rate of 0.5 mm/min at room temperature.

**[II]** A P-added high-strength high-toughness low-carbon steel, wherein the steel is a low-carbon steel containing 0.04 to 0.2 mass % P and having upper-shelf energy of 250 J or more in a Charpy impact test conducted on a JIS No. 4 V-notch test piece in a temperature range from room temperature to 78 K.

**(III)** The above-described P-added high-strength high-toughness low-carbon steel in which  $vTrs < -50^{\circ}C$ .

**[0019]** Here,  $vTrs$  (V-notch Charpy Test Transition Temperature) shows that a material has high toughness at a temperature higher than this value and causes brittle fracture at a temperature lower than this value and shows that the material can be used at temperatures higher than this value. Usually, when the material has  $vTrs$  lower than  $-20^{\circ}C$ , the material is thought to be used as a structural material, so that the carbon steel in accordance with this invention satisfies this requirement.

**[0020]** Therefore, an embodiment will be described and the invention of this application will be described in more detail.

**[0021]**

**[Embodiment] (1) There were prepared three test pieces having a component of Fe- 0.15C- 0.3Si- 1.5Mn and having 0.1 mass %, 0.02 mass %, and 0 mass % (comparative example) P added thereto, respectively. C (carbon) was 0.15 weight %, as described above, but this rate is equivalent to 2.1 volume % carbide and nearly equal to observed value. There were prepared three sets of these kinds of test pieces that were melted by high frequency and hot-rolled (heated at 1523 K and then rolled at a reduction of 23 %). Two sets of these were further rolled stepwise with grooved rolls at 923 K to reduce the sectional area to 85 % for one set and to 90 % for another set and then were immediately subjected to water quenching.**

**[0022] It is the inventive material that had 0.1 mass % P added and was rolled with grooved rolls. The material that had 0.02 mass % P added and was hot-rolled or rolled with grooved rolls and the material that had 0 mass % P added and was hot-rolled or rolled with grooved rolls are comparative materials. The rolling with grooved rolls was multi-pass working performed by the apparatus shown in Fig. 1.**

**(2) Structures of the acquired inventive material and comparative materials were observed and their characteristics were evaluated by tests.**

**[0023] As for the tests, a tension test was conducted on a circular bar having a parallel portion having a diameter of 3.5 mm  $\phi$  and a gage length of 25 mm at a strain rate of 0.5 mm/min by use of an extension meter at room temperature and a Charpy impact test was conducted on JIS No. 4 V-notch test pieces in a temperature range from room temperature to 78 K. Fig. 2 is a SEM photograph illustrating a C section of the test piece (square column having a side of 12 mm) ultra-refined by rolling with grooved rolls (warm rolled) at a reduction of area of 85 %.**

**[0024] In the inventive material containing 0.1 mass % P, it is clearly seen that**

uniform ferrite equiaxed refined grain structure having an average grain size of 1  $\mu\text{m}$  or less was produced. Moreover, Fig. 3 shows the results of tension tests of the above test pieces ultra-refined by the rolling with grooved rolls (warm rolled) at a reduction of area of 85 % and a hot-rolled test pieces in contrast with each other.

[0025] As is evident from the comparison between the test pieces rolled with grooved rolls and the hot-rolled test pieces, it is recognized that the inventive material having 0.1 mass % P added increased by 300 MPa in yield point and increased by 200 MPa in strength by the effect of ultra-refinement. Further, by the effect of addition of P, it is recognized that the inventive material increased by 90 MPa in yield point and increased by 95 MPa in strength as compared with the test piece having 0 % P added and rolled with grooved rolls. In addition, uniform elongation was kept. Since strengthening by the addition of P was recognized at the same level in the ultra-refined region as in the coarsened grain region, it could be verified that the addition of P effectively exerted a solid solution strengthening ability also in the ultra-refined region of an average grain size of 1  $\mu\text{m}$  or less.

[0026] With this, in the case of the inventive material (having 0.1 mass % P added and rolled with grooved rolls), It was found that P-added low-carbon steel having characteristics of 610 MPa as a yield point and 695 MPa as strength was produced. Fig. 4 shows the results of tension tests of the test pieces rolled with grooved rolls at a reduction of area of 90 % and the hot-rolled test piece in comparison with each other.

[0027] It can be seen that that the inventive material having 0.1 mass % P added increased by 430 MPa in yield point and increased by 230 MPa in strength by the effect of ultra-refinement. Further, by the effect of addition of P, it is recognized that the inventive material increased by 130 MPa in yield

point and increased by 110 MPa in strength. In addition, uniform elongation was kept. It can be seen that the low-carbon steel having 0.1 mass % P added and rolled with grooved rolls at a reduction of area of 90 % had characteristics of 750 MPa in yield point of and 780 MPa in strength.

(3) As for the overcoming of brittleness that is a problem caused by the addition of P, as shown in the case of a reduction of area of 85 % in Fig. 5, it was verified that remarkable brittleness caused by the addition of P which is observed in coarsened grains could be overcome by shifting the ductility/brittleness transition temperature to a lower temperature side by a large amount (more than 50 K) by the refinement. In particular, attention must be paid to a fact that in the ultra-refined grains, upper-shelf energy could be kept at 270 J even if 0.1 mass % P was added and that toughness large enough also for a practical material could be secured.

[0028]

[Effect of the Invention] As described above in detail, according to the invention of this application, by the ultra-refinement of the ferrite grain size brittleness that is a shortcoming of P can be overcome by a large amount and a solid solution strengthening ability that is an advantage can be effectively exerted. This can show a possibility that an eco-material can be developed by effectively utilizing the ease with which P-added steel can be recycled.

[Brief Description of the Drawings]

Fig. 1 is a front general view illustrating a working method for working with grooved rolls and the main portion of roll apparatus.

Fig. 2 is SEM photographs showing the structure of a C section.

Fig. 3 is a graph showing the results of tension tests of materials worked with grooved rolls at a reduction of area of 85 % and hot-rolled materials.

**Fig. 4 is a graph showing the results of tension tests of materials worked with grooved rolls at a reduction of area of 90 %.**

**Fig. 5 is a graph showing the results of Charpy impact tests.**

Fig. 1

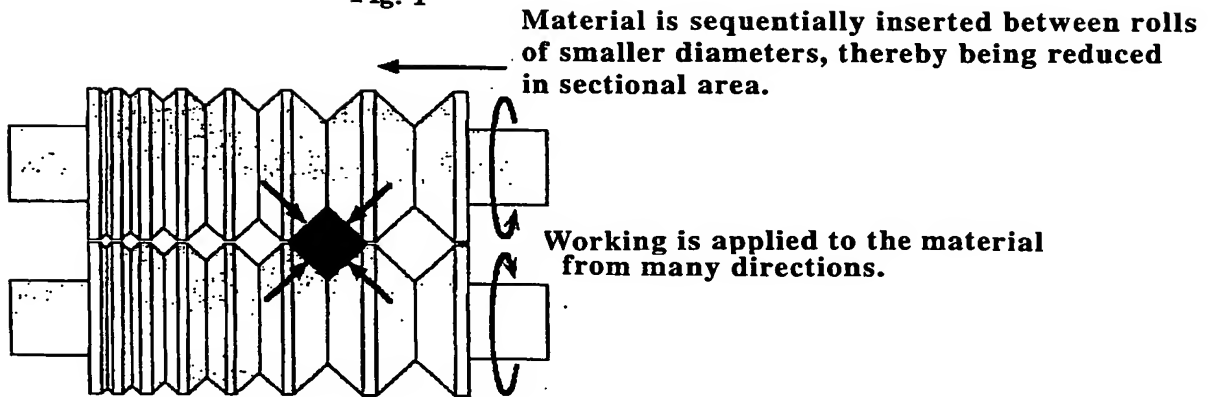
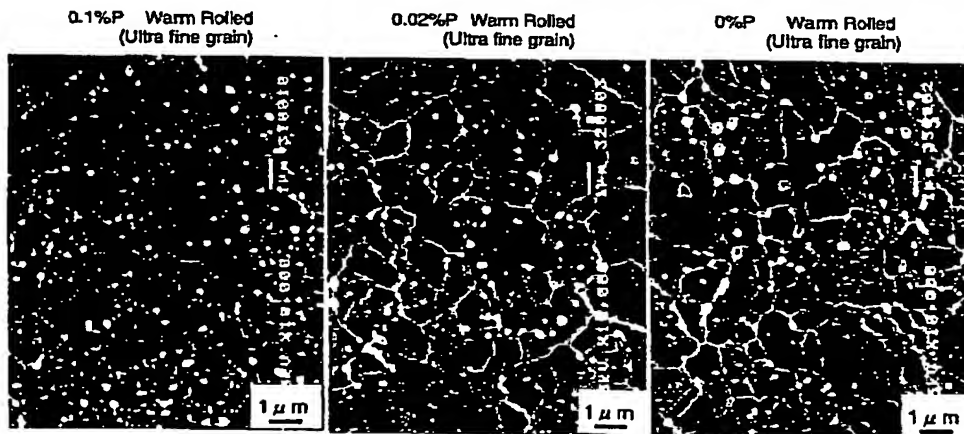


Fig. 2



BEST AVAILABLE COPY

Fig. 3

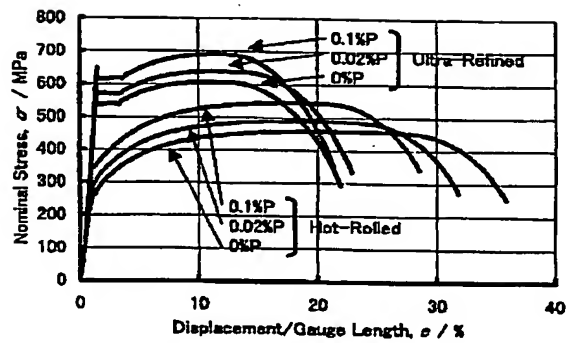


Fig. 4

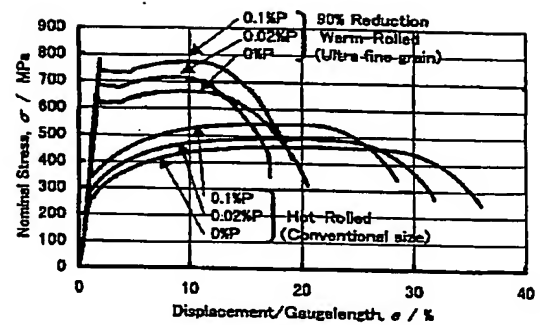
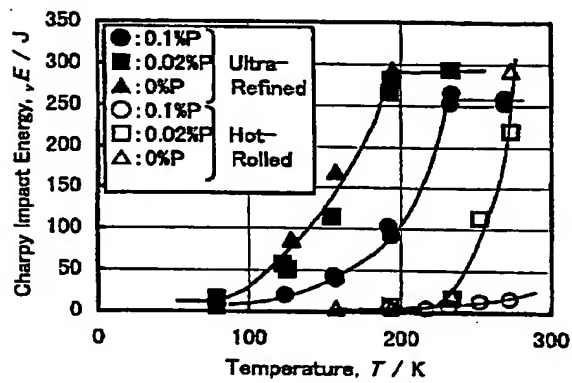


Fig. 5



BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-246301

(P2000-246301A)

(43) 公開日 平成12年9月12日 (2000.9.12)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
B 2 1 B 1/02		B 2 1 B 1/02	B 4 E 0 0 2
3/00		3/00	A 4 K 0 3 2
C 2 1 D 8/00		C 2 1 D 8/00	A
// C 2 2 C 38/00	3 0 1	C 2 2 C 38/00	3 0 1 A
38/06		38/06	

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平11-52007

(22) 出願日 平成11年2月26日 (1999.2.26)

(71) 出願人 390002901

科学技術庁金属材料技術研究所長  
茨城県つくば市千現一丁目2番1号

(71) 出願人 396020800

科学技術振興事業団  
埼玉県川口市本町4丁目1番8号

(71) 出願人 000006655

新日本製鐵株式会社  
東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(74) 代理人 100093230

弁理士 西澤 利夫

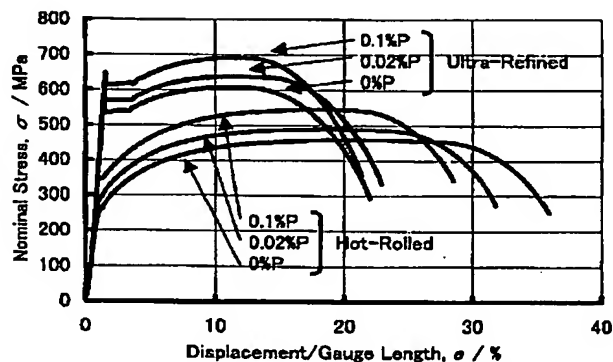
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 P添加高強度・高靱性低炭素鋼の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 P添加した低炭素鋼であって、高強度の高靱性のものとする。

【解決手段】 0.04~0.2mass%のPを含む鋼材を400℃以上Ac3以下の強度域で穴型圧延を行うことを特徴とするP添加高強度・高靱性低炭素鋼の製造方法を提供する。





## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 0.04～0.2mass%のPを含む鋼材を400℃以上Ac3以下の温度域で穴型圧延を行うことを特徴とするP添加高強度・高靱性低炭素鋼の製造方法。

【請求項2】 多パス溝ロール圧延を行う請求項1の製造方法。

【請求項3】 C断面全面が、2μm以下の粒径のフェライト粒もしくはこのフェライト粒と炭化物との組織を有する棒材を製造する請求項1または2の製造方法。

【請求項4】 化学成分としてセメンタイトを含む炭化物の体積率20%以下のC（炭素）量を含む請求項1ないし3のいずれかの製造方法。

【請求項5】 化学成分として、主成分としてのFeと、不可避免の不純物とともに、

Si：0.80mass%以下

Mn：0.05～3.0mass%以下

Al：0.10mass%以下

を含有する請求項1ないし4のいずれかの製造方法。

【請求項6】 0.04～0.2mass%のPを含む低炭素鋼であって、3.5mm径、25mmゲージ長さの丸棒での歪み速度0.5mm/minでの室温引張試験による降伏点が500MPa以上で、強度が550MPa以上であることを特徴とするP添加高強度・高靱性低炭素鋼。

【請求項7】 0.04～0.2mass%Pを含む低炭素鋼であって、JIS4号V-notch試験片による室温～78Kまでの温度域でのシャルピー衝撃試験によるupper-shelf energyが250J以上であることを特徴とするP添加高強度・高靱性低炭素鋼。

【請求項8】 C断面全面が、2μm以下の粒径のフェライト粒もしくはこのフェライト粒と炭化物との組織を有する棒材である請求項6または7の炭素鋼。

【請求項9】 化学成分としてセメンタイトを含む炭化物の体積率20%以下のC（炭素）量を含む請求項6ないし8のいずれかの炭素鋼。

【請求項10】 化学成分として、主成分としてのFeと、不可避免の不純物とともに、

Si：0.80mass%以下

Mn：0.05～3.0mass%

Al：0.10mass%以下

を含有する請求項6ないし9のいずれかの炭素鋼。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】この出願の発明は、P添加高強度・高靱性低炭素鋼の製造方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、P（リン）添加低炭素鋼であって、しかも高強度・高靱性でもある新しい炭素鋼とその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術とその課題】従来より、低炭素鋼においては、P（リン）は低温靱性に悪影響を及ぼすことから精錬プロセスでのP（リン）の除去には多大な精力が費やされてきた。そしてこのPの存在が許容されないことは、従来の精錬工程を簡略化することを難しくしており、鋼材の再利用においても支障となっていた。

【0003】実際に、たとえば0.1mass%のPが含有されている場合には、延性／脆性遷移温度が40Kも増加することになる。このように炭素鋼においてはPによる脆化の問題があり、従来では、依然としてPは除去すべきものとして精錬工程の大きな負担要因となっていた。一方、この出願の発明者らは、高強度鋼の開発を目的としてフェライト粒を微細化することを検討してきた。この過程において、フェライト粒径が微細になると遷移温度が大幅に低下することから、Pの存在による脆化の問題は結晶粒の微細化により克服されるのではないかと考えた。また、仮に鋼材中のP量の増加が許容できれば、P混入に対処するための精錬工程を簡略化し、Pの固溶強化能を利用したエコマテリアル開発に繋がるはずである。また、Pはドラッグ効果で粒成長速度を低下させ、加工硬化γからの相変態によるフェライト粒微細化に有効であることが予想される。以上の観点から、微細フェライト粒組織を対象としたP添加による組織創製プロセス条件緩和および変態組織の強度上昇の可能性が考えられるのである。

【0004】しかし、フェライト粒の微細化とこのPの存在とをどのように制御するかは技術的に未踏の課題であった。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】そこでこの出願の発明は、以上のとおりの課題を解決するものとして、第1には、0.04～0.2mass%のPを含む鋼材を400℃以上Ac3以下の温度域で穴型圧延を行うことを特徴とするP添加高強度・高靱性低炭素鋼の製造方法を提供し、また、この出願の発明は、第2には、多パス溝ロール圧延を行う前記の製造方法を、第3には、C断面全面が、2μm以下の粒径のフェライト粒もしくはこのフェライト粒と炭化物との組織を有する棒材を製造する製造方法を、第4には、化学成分としてセメンタイトを含む炭化物の体積率20%以下のC（炭素）量を含む製造方法を、第5には、化学成分として、主成分としてのFeと、不可避免の不純物とともに、

Si：0.80mass%以下

Mn：0.05～3.0mass%以下

Al：0.10mass%以下

を含有する前記いずれかの製造方法を提供する。そして、この出願の発明は、第6には、0.04～0.2mass%のPを含む低炭素鋼であって、3.5mm径、25mmゲージ長さの丸棒での歪み速度0.5mm/minでの室温引張試験による降伏点が500MPa以上

で、強度が550MPa以上であることを特徴とするP添加高強度・高靱性低炭素鋼を、第7には、0.04~0.2mass%Pを含む低炭素鋼であって、JIS4号V-notch試験片による室温~78Kまでの温度域でのシャルピー衝撃試験によるupper-shelf energyが250J以上であることを特徴とするP添加高強度・高靱性低炭素鋼を、第8には、C断面全面が、2μm以下の粒径のフェライト粒もしくはこのフェライト粒と炭化物との組織を有する棒材である前記の炭素鋼を、第9には、化学成分としてセメントライトを含む炭化物の体積率20%以下のC(炭素)量を含む前記いずれかの炭素鋼を、第10には、化学成分として、主成分としてのFeと、

Si:0.80mass%以下

Mn:0.05~3.0mass%

Al:0.10mass%以下

を含有する前記いずれかの炭素鋼をも提供する。

#### 【0006】

【発明の実施の形態】この出願の発明は、以上のとおりの特徴を有するものであるが、発明者によって、P添加と穴型圧延、特に溝ロール圧延による温間加工を用いることにより、低炭素鋼の細粒化を達成し、それにもなう強度および靱性を増大できることが見出され、この知見に基づいて完成されている。

【0007】たとえば具体的には、この出願の発明においては、P添加効果と超微細化効果との相乗性として、P添加による脆化を大幅に克服し、P添加による固溶強化能を有効に発揮(たとえば降伏点で510MPa、強度で310MPa上昇)している。

【0008】この発明のP添加高強度・高靱性低炭素鋼の製造においては、Pは、0.04~0.2mass%含まれている鋼材を対象としている。ここで、P量は以下の理由で規定している。通常、0.1mass%あたりのP添加により延性/脆性遷移温度が40K増加するがこの発明によりフェライト粒径が微細になると遷移温度は大幅に低下するため、Pによる脆化の問題が結晶粒微細化により克服される。ただ、vTrs<-20℃の一般的な構造材の要件を考慮した場合、P量の上限を0.2mass%とするのが適当である。また、強度はP量の増加とともに増加するため、有効な強度の上昇効果を考慮することにより0.04mass%を適当な下限としている。

【0009】そして、この発明の方法では穴型圧延を行うことにより、特にこの穴型圧延として多パス溝ロール圧延を行うことにより高強度・高靱性低炭素鋼を実現している。図1は、穴型圧延としての溝ロール圧延を多パスで行う場合を模式的に例示したものである。鋼材を順次、細径ロールへ挿入し、減面する。この場合の穴型圧延は、多方向から鋼材に加圧が加わることに大きな特徴がある。

【0010】鋼材を400℃以上Ac3点以下の温度のフェライト領域で温間溝ロール圧延することにより、たとえば、C断面が2μm以下の微細等軸フェライト粒組織となる鋼材が提供されることになる。たとえば、温間加工により2μm以下のフェライト粒を得るために、2μm以下の間隔で局所的に結晶格子を回転させてそれぞれの領域を別々の結晶方位を有するフェライト粒とする。

【0011】溝ロール圧延により棒材を製造する利点は、溝ロールが径の異なる多段谷状(たとえば面角度90°)ロールから成っており、1回のパスにおいて多軸加工が付加されることに加え、連続パスにおいて材料をたとえば90°回転させ挿入することにより多軸効果を更に高め、局所的格子回転が起こりやすくなり組織微細化の工程が容易かつ簡略化されることである。

【0012】多パス加工におけるワンパス当りの減面率は5~15%とするのが適当である。その理由としてはこれ以上の強圧下では発熱が大であり、またこれ以下では導入した転位が回復し、再結晶による組織の細粒化が図れないからである。溝ロール圧延の温度を400℃以上Ac3以下とする理由は、400℃未満では加工中またはパス間での転位再配列が困難であるために単に加工フェライト組織となり、等軸化しないためである。また、Ac3以上では結晶粒の成長速度が速いために粗大化が進行するためである。

【0013】なお、加工熱処理後の冷却方法は制限されることはない。もちろんこの発明の穴型圧延では、図1のような上ロールと下ロールとによって四角形の溝穴が形成されるものに限られることはない。上ロールと下ロールとによって円形あるいは楕円形等の湾曲状の溝穴が形成されるようにしてもよいし、下ロールを平板状とし、下ロールと上ロールによって三角形の溝穴が形成されるようにしたもの等であってよい。

【0014】この発明のP添加低炭素鋼の化学成分については、Fe(鉄)を主成分とし、不可避免の不純物を含有してもよく、また、C量についてセメントライトを含む炭化物の体積率で規定する。炭化物量0vol%から20vol%の範囲を適当とする。この理由は炭化物が20vol%を越えると靱性が著しく劣化するためである。

【0015】なお、C量においては、炭化物の体積%との間に、一般的にはC=0.07(ここでCは、炭素の重量%を、Vは、炭化物の体積%を示す)の関係があることが考慮される。その他成分としてはたとえば、Si:0.80mass%以下、Mn:0.05~3.0mass%、Al:0.10mass%以下とするのが適当である。

【0016】Si、Mnは強度の点において好ましい元素であるが、Ceqを増大させることから、Siについては0.8mass%以下に、Mnは0.05~3.0

mass%とするのが好ましい。Alは脱酸材としての混入があるが、量が多いと非金属介在物としてのアルミナの体積が増え、脆性の原因となるため0.10mass%以下とするのが好ましい。

【0017】この出願の発明においては、通常では、0.1mass%あたりのP添加により延性/脆性遷移温度が40K増加するが前記方法によってフェライト粒径が微細になると遷移温度は大幅に低下するため、Pによる脆化の問題が結晶粒微細化により克服される。さらに、Pは安価であり、固溶強化能に優れ、Ceqを高め、加えて鉄鋼材中の含有が許容されれば精錬工程を簡略化し、エコマテリアルとしての開発に繋がる。また、Pは積層欠陥エネルギーを下げ、焼鈍双晶密度を増加させることおよび相界面に偏析してドラッグ効果で成長速度を低下させることにより、加工硬化 $\gamma$ からの相変態によるフェライト粒微細化に有効である。

【0018】そして、この出願の発明においては、P添加高強度・高靱性低炭素鋼として、以下のとおりの顕著な特性を持つものが提供される。

(I) 0.04~0.2mass%のPを含む低炭素鋼であって、3.5mm径、25mmゲージ長さの丸棒での歪み速度0.5mm/minでの室温引張試験による降伏点が500MPa以上で、強度が550MPa以上であることを特徴とするP添加高強度・高靱性低炭素鋼。

(II) 0.04~0.2mass%Pを含む低炭素鋼であって、JIS4号V-notch試験片による室温~78Kまでの温度域でのシャルピー衝撃試験によるupper-shelf energyが250J以上であることを特徴とするP添加高強度・高靱性低炭素鋼。

(III)  $vTrs < -50^{\circ}C$ である前記のP添加高強度・高靱性低炭素鋼。

【0019】なお、 $vTrs$  (V-notch Charpy Test Transition Temperature) はこれ以上の温度で靱性が高く、これ以下の温度で脆性破壊を起こすことを示すもので、材料の使用としてこの温度以上で可能であることを示している。通常 $-20^{\circ}C$ 以下の $vTrs$ が得られれば構造材料として使用可能であると考えられていることから、この発明の炭素鋼はその要件を満たしている。

【0020】そこで以下に実施例を示し、さらに詳しくこの出願の発明について説明する。

【0021】

【実施例】(1) 供試材はFe-0.15C-0.3Si-1.5Mnの組成に0.1mass%、0.02mass%、0mass% (比較材)のPを添加した3種類とした。C(炭素)は、上記のように0.15重量%であるとしているが、この割合は、炭化物2.1体積%に相当し、ほぼ実測値と同じである。これら3種類について、各々を高周波溶解、熱延(1523K 加熱後、23%圧下)したものを3組用意した。このうちの2組

については、さらに923Kで溝ロール加工によりステップ毎に加工し、1組のものは85%に、もう1組は90%までの減面加工を施した後、直ちに水焼き入れを行った。

【0022】0.1mass%P添加材で溝ロール加工を行ったものが発明材である。0.1mass%Pで熱延を行ったもの、0.02mass%Pおよび0mass%P添加材で熱延または溝ロール加工を行ったものは比較材とする。溝ロール加工は、図1の装置による多パス加工とした。

(2) 得られた発明材と比較材についてその組織を観察し、また、特性を試験評価した。

【0023】試験は、平行部3.5mm $\phi$ 、25mmゲージ長さの丸棒での伸び計を用いた歪み速度0.5mm/minでの室温引張試験およびJIS4号V-notch試験片を用いた室温~78Kまでの温度域でのシャルピー衝撃試験を行った。図2は、減面率85%で溝ロール加工(Warm Rolled)により超微細化した資料(一辺12mm角柱)のC断面を例示したSEM写真である。

【0024】0.1%Pを含有する発明材においては、C断面に、平均粒径1 $\mu m$ 以下の均一なフェライト等軸微細粒の組織が得られていることがわかる。また、図3は、減面率85%で溝ロール加工(Warm Rolled)により超微細化した上記試料と、圧延材(Hot-Rolled)との対比として引張試験の結果を示したものである。

【0025】溝ロール加工した場合と圧延材との比較として明らかな超微細化の効果により、0.1%P添加の発明材は、降伏点で300Pa、強度で200MPaの上昇が認められる。また、Pの添加効果として、同じく溝ロール加工した0%Pのものに比べて降伏点についてはさらに90MPaの上昇が、強度ではさらに95MPaの上昇が認められる。しかも均一伸びが維持されている。超微細流域においてもP添加による強化が粗大粒域とほぼ同等のレベルで確認されたことにより、P添加が1 $\mu m$ 以下の超微細領域においても固溶強化能を有効に発揮することを検証することができた。

【0026】これにより、発明材(0.1%P添加、溝ロール加工)の場合には、降伏点として610MPa、強度として695MPaの特性のP添加の低炭素鋼が得られていることがわかる。図4は、減面率90%で溝ロール加工した試料について圧延材との対比として引張試験の結果を示したものである。

【0027】0.1%P添加の発明材は、超微細化の効果により降伏点で430MPa、強度で230MPa上昇し、Pの添加効果として、降伏点についてさらに130MPaが、強度についてさらに110MPa上昇していることがわかる。しかも均一伸びが維持されている。0.1%P添加溝ロール加工した減面率90%の低炭素鋼として、降伏点750MPa、強度780MPaの特性のものが得られていることがわかる。

(3) P添加による問題点である脆性の克服については図5の減面率85%の場合のものに示されるように、粗大粒で見られるP添加による著しい脆性が超微細化により、延性-脆性遷移温度を低温側に大幅に(50K以上)シフトさせることで克服できることが確認された。特に超微細粒になると0.1%Pを添加してもupper-shelf energyが270Jに保持され、実用材としても十分な靱性が確保されることが注目される。

【0028】

【発明の効果】以上詳しく説明したとおり、この出願の発明によって、フェライト結晶粒径の超微細化により、Pの短所である脆性化が大幅に克服され、長所である固

溶強可能が有効に発揮される。P添加鋼のリサイクル性を有効利用したエコマテリアルとしての開発の可能性が示される。

【図面の簡単な説明】

【図1】溝ロール加工のための加工方法とロール装置の要部を示した正面概要図である。

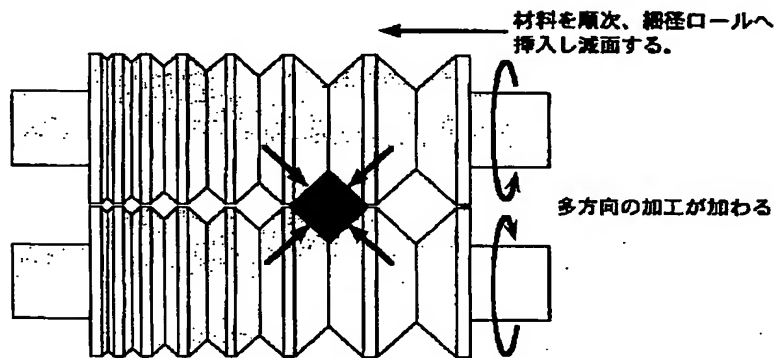
【図2】C断面の組織を示したSEM写真である。

【図3】減面率85%の溝ロール加工材と圧延材について引張試験の結果を示した図である。

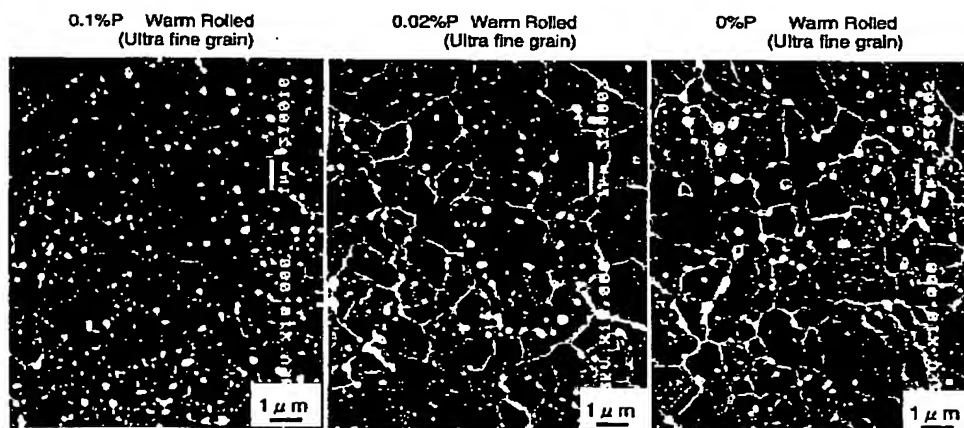
【図4】減面率90%の溝ロール加工材について引張試験の結果を示した図である。

【図5】シャルピー衝撃試験の結果を示した図である。

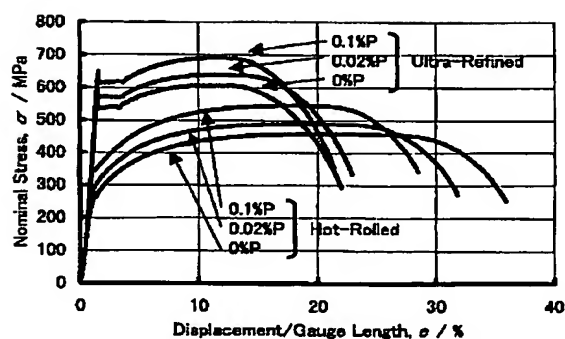
【図1】



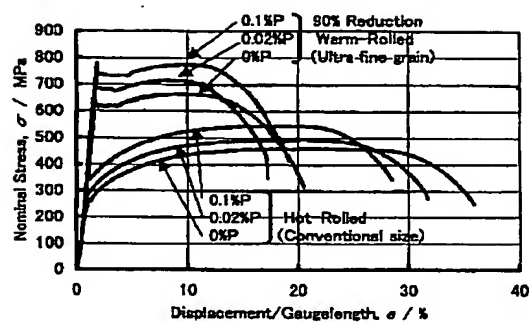
【図2】



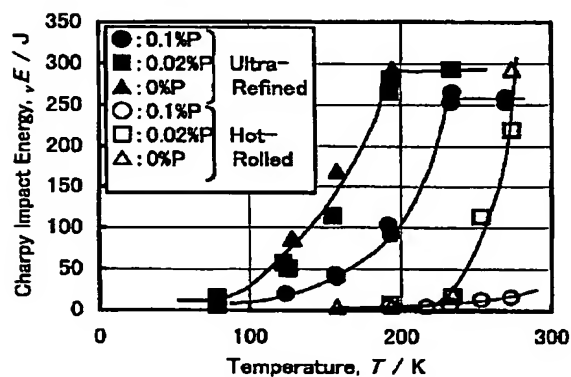
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(72) 発明者 花村 年裕  
茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号 科学  
技術庁金属材料技術研究所内

(72) 発明者 鳥塚 史郎  
茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号 科学  
技術庁金属材料技術研究所内

(72) 発明者 津崎 兼彰  
茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号 科学  
技術庁金属材料技術研究所内

(72) 発明者 長井 寿  
茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号 科学  
技術庁金属材料技術研究所内

F ターム (参考) 4E002 AC12 BA01 BB02 CB01  
4K032 AA01 AA16 AA17 AA27 AA31  
BA02 CC01 CC02